

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-294786

(43)Date of publication of application : 21.10.1994

(51)Int.Cl.

G01N 30/32

(21)Application number : 05-106181

(71)Applicant : SHIMADZU CORP

(22)Date of filing : 07.04.1993

(72)Inventor : MARUYAMA SHUZO

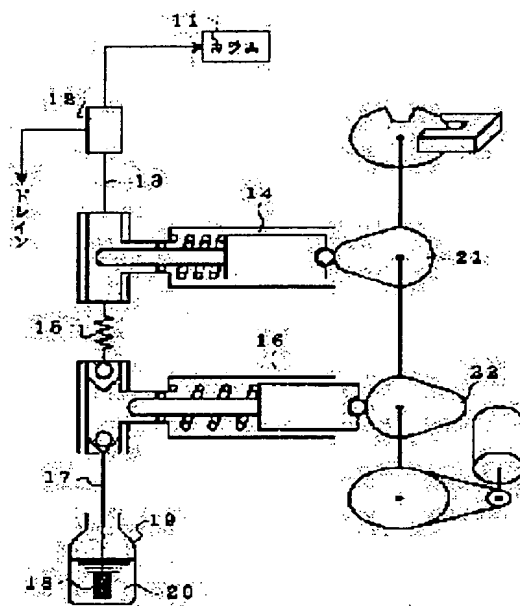
(54) LIQUID SUPPLYING DEVICE

(57)Abstract:

PURPOSE: To check a backflow from the discharge side in the title device and make the device suck fresh moving-phase liquid even when air mixes in a passage at the time of a change of the moving-phase liquid or others, by making a passage resistance of a discharge-side passage larger than the one of a suction-side passage.

CONSTITUTION: A supplying device of liquid is constructed by connecting a plunger pump 16 having a check valve in series to a plunger pump 14 having also the check valve and operating as an active damper. As for the diameters of passages, a stainless steel pipe of an inside diameter 2mm is used for a passage 17 (suction-side pipe), a stainless steel pipe of an inside diameter 1mm for a passage (discharge-side pipe) 13 between the damper 14 and a column 11 and a stainless steel pipe of an inside diameter 0.3mm for a passage (intermediate pipe) 15 between the pumps 14 and 16, for instance, and a passage resistance on the discharge side

is made about twice as large as the one on the suction side. Even in the case when air mixes in the passages at the time of a change of a moving-phase liquid 20 or others and the check valves fail to operate normally, according to this constitution, the amount of suction of the moving-phase liquid 20 from the intermediate pipe 15 side is small and most of it is sucked from the liquid tank 19 side on the occasion when the pump 16 sucks in the liquid, and therefore the suction is ensured.



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-294786

(43)公開日 平成 6 年(1994)10月21日

(51)Int.Cl.⁵

G 0 1 N 30/32

識別記号

庁内整理番号

C 8310-2 J

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平5-106181

(22)出願日 平成 5 年(1993) 4 月 7 日

(71)出願人 000001993

株式会社島津製作所

京都府京都市中京区西ノ京桑原町 1 番地

(72)発明者 丸山 秀三

京都市中京区西ノ京桑原町 1 番地 株式会

社島津製作所三条工場内

(74)代理人 弁理士 小林 良平

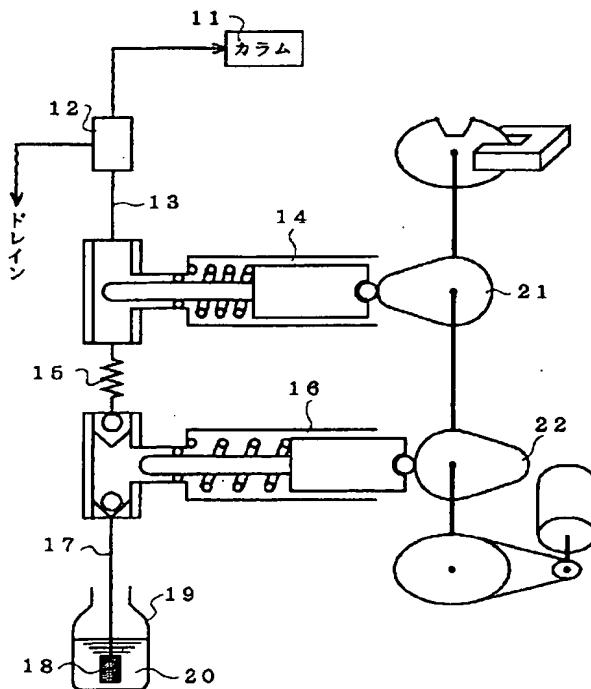
(54)【発明の名称】 送液装置

(57)【要約】

【目的】 移動相液の交換時等に流路内に空気が混入した場合でも、ポンプによりそのまま新しい移動相液を吸入することができるようにする。

【構成】 吐出側チェックバルブよりも供給先側の流路の抵抗を、吸入側チェックバルブよりも液体槽側の流路の抵抗よりも大きくする。

【効果】 液体槽から保留部に液体を吸入する際、吐出側から逆流して吸入される液体の割合が少なく、ほとんどが液体槽から正しく吸入されるようになる。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 液体槽から吸入側チェックバルブを介して液体を一旦保留部に吸入し、その後、保留部に吸入された液体を吐出側チェックバルブを介して供給先に吐出する送液装置において、吐出側チェックバルブからドレインバルブまでの流路の流路抵抗を、吸入側チェックバルブよりも液体槽側の流路の流路抵抗よりも大きくしたことを特徴とする送液装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、液体クロマトグラフ等に使用される送液装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 液体クロマトグラフの移動相液を送給するために用いられる送液装置の一例を図 2 により説明する。図 2 に示す送液装置は 1 個のプランジャポンプ 24 を用いたものであり、シール 242 によりシールされた状態で保留部 243 に突出したプランジャ 241 を保留部 243 から引き出すことにより、移動相液 20 を液体槽 19 から保留部 243 に吸入し、プランジャ 241 を保留部 243 に押し出すことにより、保留部 243 内の液をカラム 11 の方に吐出する。吸入側のパイプ 17 と保留部 243 との間、及び、保留部 243 と吐出側のパイプ 13 との間にはそれぞれチェックバルブ 245、244 が設けられ、液体槽 19 から移動相液 20 を吸入する時には吸入側のチェックバルブ 245 が開き、吐出側のチェックバルブ 244 が閉じる。保留部 243 から液 20 をカラム 11 に吐出するときは、吐出側のチェックバルブ 244 が開き、吸入側のチェックバルブ 245 が閉じる。

【0003】 チェックバルブ 244、245 の内部は図 3 に示すようになっており、液が順方向（図 3 では下から上への方向）に流れるときはボール 31 がボールシート 32（球面座）から離れ、液は入口 34 から入って出口 33 から流出する。液が逆方向に流れようとするときはボール 31 がボールシート 32 に密着して液の通過を阻止する。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 液体クロマトグラフで使用する移動相液 20 を交換する際、吸入側のパイプ 17 の先端から空気が送液装置の流路内に入る。流路内に空気（気泡）が入ると、特に吐出側のチェックバルブ 244 が正常に動作しなくなり、新しい移動相液 20 を液体槽 19 から吸入することができなくなるという問題がある。この問題は、特に移動相液 20 が有機溶剤ではなく水系である場合に顕著に現われる。これは、チェックバルブ内に空気と液体との界面が存在すると、液体の表面張力によりボール 31 がボールシート 32 に完全に密着することが妨げられ、プランジャ 241 が保留部 243 から引き出される際に吐出側パイプ 13 から液が保留

部 243 内に吸入されるためと考えられる。このため、従来は、移動相液 20 を交換する毎に、吐出側パイプ 13 の途中に設けられたドレイン切替部 12 に注入器を接続し、手で新しい移動相液 20 を吸い上げるという操作が必要であった。

【0005】 本発明はこのような課題を解決するために成されたものであり、その目的とするところは、移動相液の交換時等に流路内に空気が混入した場合でも、ポンプによりそのまま新しい移動相液を吸入してしまうことのできる送液装置を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】 上記課題を解決するために成された本発明に係る送液装置は、液体槽から吸入側チェックバルブを介して液体を一旦保留部に吸入し、その後、保留部に吸入された液体を吐出側チェックバルブを介して供給先に吐出する送液装置において、吐出側チェックバルブからドレインバルブまでの流路の流路抵抗を、吸入側チェックバルブよりも液体槽側の流路の流路抵抗よりも大きくしたことを特徴とするものである。

【0007】

【作用】 流路に空気が混入することにより吐出側チェックバルブが完全に作動しなくなっても、液体槽から保留部に液体を吸入する際は、吐出側の流路抵抗の方が吸入側の流路抵抗よりも大きいので、吐出側から逆流して吸入される液体の割合が少なく、ほとんどが液体槽から正しく吸入される。従って、暫くこのようにして保留部への吸入及び保留部からの吐出を繰り返すことにより空気はドレインバルブから排出され、その後、ドレインバルブを閉じることにより正常な送液が可能となる。なお、このような効果を確実にするためには、吐出側の流路抵抗は吸入側の流路抵抗の 2 倍以上としておくことが望ましい。

【0008】

【実施例】 本発明の第 1 実施例として、液体クロマトグラフ用送液装置を説明する。図 1 に示すように、本実施例の送液装置は移動相液 20 を貯留する液体槽 19 とカラム 11 との間に設けられる。本実施例の送液装置は、吸入側と吐出側にそれぞれチェックバルブを備えたプランジャポンプ 16 と、その脈流を平滑化するためのアクティブ（能動的）ダンパとして作用するプランジャダンパ 14 とが直列に配置された、いわゆる直列ダブルプランジャ型送液装置である。両プランジャ装置 14、16 のプランジャは、所定のカムプロファイルを有するカム 21、22 により駆動される。

【0009】 本実施例では、プランジャポンプ 16 と液体槽 19 との間の流路（吸入側パイプ）17 には内径 2 mm、長さ 100 mm のステンレスパイプを使用し、プランジャダンパ 14 とカラム 11 との間の流路（吐出側パイプ）13 には内径 1 mm、長さ約 300 mm のステンレスパイプを使用する。そして、両プランジャ装置 1

4、16の間を接続する流路（中間パイプ）15には内径0.3mm、長さ200mmの、細く、長いステンレスパイプを使用し、流路抵抗を吸入側パイプ17よりも十分に大きくしている。ただし、液体槽19内に浸漬された吸入側パイプ17の先端には異物を除去するためのサクシオンフィルタ18が取り付けられているため、このサクシオンフィルタ18の抵抗により、プランジャポンプ16からみた吸入側の流路抵抗は、パイプ17そのものだけを使用した場合よりも大きくはなっているが、プランジャポンプ16からみて吐出側である中間パイプ15の流路抵抗はそれよりも十分大きく、約2倍以上となっている。これにより、移動相液20の交換時等に流路内に空気が混入し、チェックバルブが完全に動作しなくなった場合でも、プランジャポンプ16が移動相液20を液体槽19から吸入する際には、中間パイプ15側からの液の吸入量は少なく、ほとんどが液体槽19側から吸入されるようになるため、確実な吸入が保証される。なお、液交換時にはドレイン切替部12はドレイン側に切り替えられ、空気及び旧移動相液はドレインから排出される。

【0010】試みに、中間パイプ15に、上記内径0.3mm、長さ200mmのものに代え、内径0.3mm、長さ100mmのステンレスパイプ（従って、流路抵抗が約半分となる）を用いたところ、カラム11までの流路の移動相液20を全て新しい液に置換するのに要する時間は約2倍となった。このことから逆に、中間パイプ15に大きい流路抵抗を設けることにより、液体の吸入時間が短縮されることがわかる。

【0011】本発明の第2の実施例として、シングルプランジャポンプを用いた液体クロマトグラフ用送液装置を図2に示す。上記実施例の場合と全く同様に、プランジャポンプ24の吐出側のパイプ13に細く、長いパイプを用い、或いは、フィルタのような流通抵抗を付加することにより、その流路抵抗を吸入側の流路抵抗（パイプ17の管抵抗にサクシオンフィルタ18の抵抗を加えたもの）よりも大きくする（好ましくは2倍以上とする）。これにより、プランジャ241が保留部243から引き出される際も、吐出側から液が保留部243に戻ることが少なくなり、液体槽19から新しい液20を吸入することができるようになる。

【0012】なお、移動相液20を交換する際はプランジャポンプ16、24を通常よりも高速で動作させるこ

とにより液交換に要する時間を短縮することが多いが、この場合、吸入側パイプ17の先端に設けたサクシオンフィルタ18の抵抗は通常で吸入する場合よりも大きくなる。従って、移動相液交換の際にそのようにプランジャポンプ16、24の高速動作を行なうことが予めわかっている場合には、プランジャポンプ16、24の吐出側流路15、13の流路抵抗は、そのような高速動作の際の吸入側の流路抵抗よりも大きくなるように設定しておく必要がある。

【0013】

【発明の効果】本発明に係る送液装置では、吐出側の流路抵抗が吸入側の流路抵抗よりも大きくなるようにしたため、流路に空気が混入し、吐出側チェックバルブが完全に作動しなくなっても、液体槽から保留部に液体を吸入する際に吐出側から逆流して吸入される液体の割合が少なく、ほとんどが液体槽から正しく吸入される。従って、暫くこのようにして保留部への吸入及び保留部からの吐出を繰り返すことにより、流路から空気が押し出され、その後は正常な送液が行なわれるようになる。これにより、例えば液体クロマトグラフで移動相を交換する際も、ドレインに注入器を接続して手動で新移動相液を吸引するという面倒な操作が不要となり、ポンプによりそのまま新しい移動相液を吸入してしまいうことができるようになる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の第1実施例である液体クロマトグラフ用直列ダブルプランジャポンプ型相液装置の構成図。

【図2】 本発明の第2実施例である液体クロマトグラフ用シングルプランジャポンプ型相液装置の構成図。

【図3】 チェックバルブの内部構成を示す断面図。

【符号の説明】

11…カラム	13…吐出側パイプ
14、16、24…プランジャポンプ	
15…中間パイプ	17…吸入側パイプ
18…サクシオンフィルタ	19…液体槽
20…移動相液	
241…プランジャ	243…保留部
244、245…チェックバルブ	
31…ボール	32…ボールシート

【図 2】

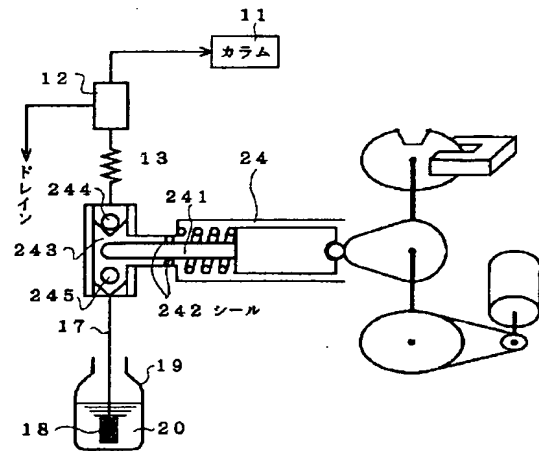


Fig. 1 is a schematic diagram of a circular object 31 positioned within a rectangular frame 33. The frame has a central opening 32. A vertical arrow on the left indicates the '風方向' (wind direction) pointing upwards. A label 34 points to the bottom part of the frame.